

ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ДИФфуЗИОННО-ЛЕГИРОВАННЫХ ПОРОШКАХ СИСТЕМ Fe-N, Fe-C-Al-Cr-N ПРИ НАГРЕВЕ

Юровских А.С.

Руководитель – доц., к.т.н. Кардолина Н.И.

ГОУ ВПО «УГТУ-УПИ им. первого Президента России Б.Н. Ельцина»,

г. Екатеринбург

artem.yurovskikh@mail.ru

Сочетание технологий твердофазного азотирования дисперсных частиц в кипящих слоях и порошковой металлургии открывает новые возможности в производстве и изучении сталей и сплавов с высоким содержанием азота. В то же время, особенности процессов порошковой металлургии и низкотемпературного азотирования в кипящем слое, особенно в области фазовых превращений и деазотации азотированных порошков, применительно к материалам на основе железа мало изучены и представляют несомненный научный и практический интерес. Решение данных вопросов позволит выбрать оптимальные составы порошковых смесей и режимы их термической (химико-термической) обработки.

В настоящей работе были изучены фазовые превращения и особенности процесса деазотации азотированных порошков систем Fe-N, Fe-C-Al-Cr-N при нагреве в различных атмосферах. Порошки составов Fe-1,5N и Fe-10N были получены в результате азотирования порошка армко-железа в среде диссоциированного аммиака. Структура частиц порошка Fe-1,5N состояла из зерен α -Fe с игольчатыми выделениями γ' -Fe₄N нитридов, а так же отдельных зерен γ' -фазы на поверхности частиц (рис. 1а). Типичная структура частиц порошка Fe-10N состояла из поверхностного слоя пористой ϵ -фазы, зоны γ' -нитрида и центральной двухфазной области ($\alpha+\gamma'$) (рис. 1б). Порошок Fe-C-4Al-2Cr-9N был получен последовательными операциями хромоалитирования в механических смесях Cr и Al и азотирования в среде диссоциированного аммиака. Типичная структура частиц представляла собой диффузионные слои ϵ и γ' -(Fe,Al)₄N нитридов, зону внутреннего азотирования ($\alpha+\gamma'$) и центральную ферритокарбидную область (рис. 1в).

Исследование фазовых превращений проводилось методами терморентгенографии на дифрактометре Bruker D8 Advance с помощью высокотемпературной камеры AntonPaar НТК1200N в диапазоне температур 30-950°C в вакууме ($\sim 10^{-3}$ Па), а так же синхронного термического анализа на приборе Netzch STA 449C Jupiter; запись кривых дифференциальной сканирующей калориметрии и термогравиметрии проводилась в интервале температур 30...1100°C в проточной атмосфере аргона со скоростями нагрева и охлаждения 10, 30 и 50°C/мин.

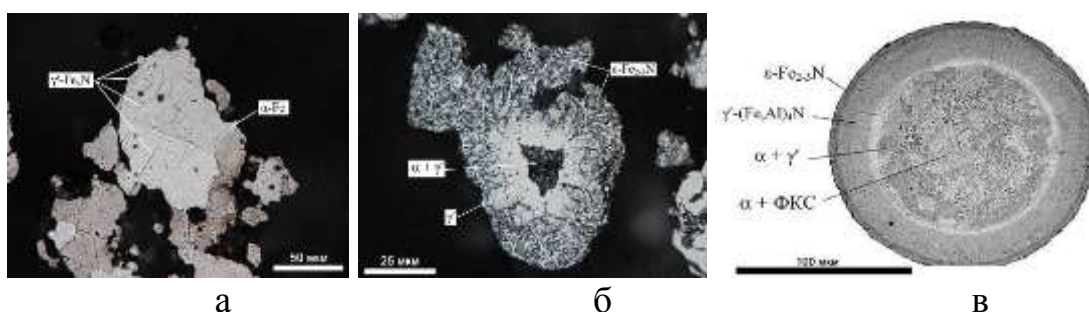


Рис. 1 Микроструктура азотированных порошков Fe-1,5N (а), Fe-10N (б) и Fe-C-4Al-2Cr-9N (в)

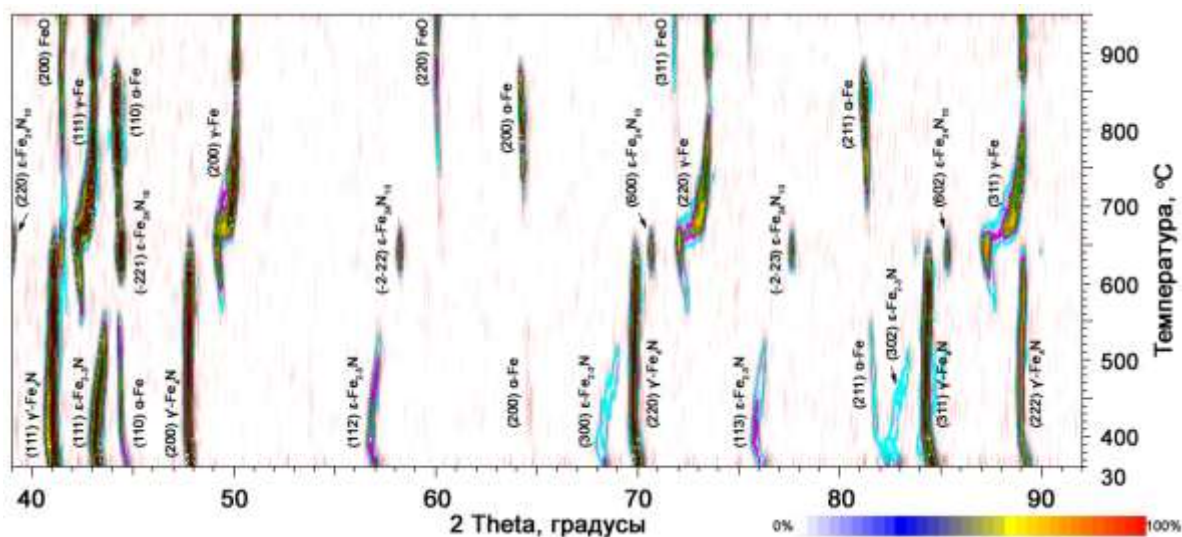


Рис. 2 Терморентгенограмма порошка состава Fe-10N

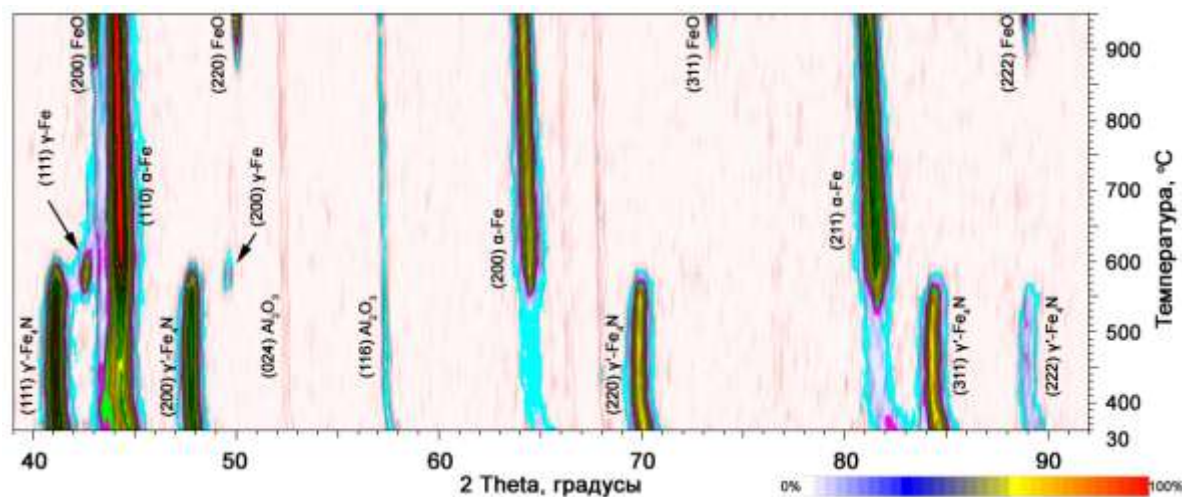


Рис. 3 Терморентгенограмма порошка состава Fe-C-4Al-2Cr-9N

Данные терморентгенографии показали, что нагрев порошков состава Fe-1,5N приводит к фазовым превращениям $(\alpha + \gamma') \rightarrow \gamma_N$ при температуре 540-550°C и $\alpha \rightarrow \gamma$; образующийся азотистый аустенит стабилен в интервале температур 540-950°C. Аналогичное $(\alpha + \gamma') \rightarrow \gamma_N$ превращение, зафиксированное методом СТА при нагреве в атмосфере аргона, оказывается смещенным в область более высоких температур – 620-630°C. Потери массы образца при нагреве

зафиксировано не было, что свидетельствует о малой интенсивности и большой по времени длительности процесса выделения газообразного азота.

В порошке Fe-10N ($\alpha+\gamma'$) $\rightarrow\gamma_N$ превращение было зафиксировано при 560°C в вакууме (рис. 2) и методом СТА в районе 620°C в аргоне. Наличие в структуре порошка γ_N и γ' -Fe₄N фаз сделали возможным протекание ($\gamma+\gamma'$) $\rightarrow\epsilon$ превращения при температуре 600-610°C (690-710°C в аргоне). Образовавшийся нитрид был идентифицирован как «промежуточная» Fe₂₄N₁₀ фаза с дополнительным упорядочением атомов N в ГПУ подрешетке Fe. Практически одновременное исчезновение линий γ' и ϵ -Fe₂₄N₁₀ фаз имело место при температуре 670...680°C и сопровождалось быстрым снижением параметра ячейки азотистого аустенита, указывая на начало активного выделения газообразного азота. Дальнейшее повышение температуры приводит к ϵ -Fe₂₄N₁₀ $\rightarrow \gamma_N$; $\gamma_N \rightarrow \alpha$ и $\alpha \rightarrow \gamma$ превращениям. При нагреве в атмосфере аргона интенсивное снижение массы образца в результате деазотации начинается с 750°C и составляет порядка 3%.

Очевидно, что дополнительное легирование должно повлиять на устойчивость нитридов железа и интервалы фазовых превращений. Как показали результаты синхронного термического анализа порошков Fe-C-4Al-2Cr-9N, деазотация с общей потерей массы порядка 3,6% при нагреве в атмосфере аргона начинается уже с ~600°C, т.е. при значительно меньшей температуре, чем аналогичный процесс в системе Fe-N. Как и в случае нагрева порошков Fe-N, при 540°C отмечено появление рефлексов аустенита (рис. 3), свидетельствующее о протекании ($\alpha+\gamma'$) $\rightarrow\gamma$ превращения в зоне внутреннего азотирования вблизи слоя γ' -фазы. Образовавшиеся объемы аустенита растворяют часть азота, диффундирующего из γ' -нитрида, способствуя превращению γ' -(Fe,Al)₄N $\rightarrow \gamma$ -Fe_{N,Al}. В то же время значительное содержание Al и Cr в твердом растворе γ' -нитрида приводит к быстрой фазовой перекристаллизации γ -Fe_{Al,N} $\rightarrow \alpha$ -Fe_{Al} и выделению избыточного азота из решетки феррита в атмосферу. При температурах 730-870°C в структуре присутствуют только α -Fe и Al₂O₃ фазы. Начиная с 870°C вновь фиксируются линии γ -Fe фазы с возрастающей по мере увеличения температуры интенсивностью, что связано с развитием $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения в центральных областях частиц.

Таким образом, температура начала активного выделения азота при нагреве порошков рассмотренных систем легирования в вакууме на 60-70°C ниже, чем при нагреве тех же порошков в аргоне при атмосферном давлении; легирование ферритостабилизирующими элементами снижает температуру начала деазотации на 140-150°C по сравнению с чистой системой Fe-N. Данные факты необходимо учитывать при выборе режимов термообработки азотированных материалов на основе железа.